

**Solid transparent gel for body deodorant avoiding irritation - contg. metal stearate, solvents phenylated dimethicone oil or gum and bactericide, and deodorant based on gel, for high stability**

**Publication number:** FR2689010

**Publication date:** 1993-10-01

**Inventor:** CLAUDIE WILLEMIN

**Applicant:** RHONE POULENC CHIMIE (FR)

**Classification:**

- **International:** **A61K8/02; A61K8/36; A61K8/891; A61Q15/00; A61K8/02; A61K8/30; A61K8/72; A61Q15/00; (IPC1-7): A61K7/32**

- **European:** A61Q15/00; A61K8/02; A61K8/36; A61K8/891

**Application number:** FR19920003895 19920331

**Priority number(s):** FR19920003895 19920331

**Report a data error here**

**Abstract of FR2689010**

The gel contains (A) 5-8 pts.wt., w.r.t. 100 pts. of (B)+(C)+(D), of a metal stearate, (B) a hydrophilic, polar, non-aq. solvent for the stearate, (C) a phenylated dimethicone oil or gum contg. 0.1-25 mols % of Ph gps. linked directly to Si, blocked at each end by a trimethyl siloxy or dimethyl siloxanol unit, and with viscosity 3-10 power7 mPa.s; a bactericide, and (D) a solvent for the bactericide, miscible with (B) and (C). 100 pts. of (B)+(C)+(D) contains 10-20 pts. of (C), 15-20 pts. of (B) and 65-75 pts. of (D), with the ratio by wt. of (D):(C) above 4.5 (4.6-7.5). Pref. components are (A) Na stearate, (B) a propane diol, (C) a phenyl dimethicone oil with viscosity at 25 deg.C of 3-1000 mPa.s, a diphenyl dimethicone oil with viscosity 50-100,000 mPa.s, or a diphenyl dimethicone gum with viscosity 3x10 power 6 - 10 power 7 mPa.s, and (D) propylene glycol myristyl ether. The gel may also contain a perfume and a dye. **USE/ADVANTAGE** - A solid transparent deodorant based on the gel is new. Application is esp. as a body deodorant. The compsn. is completely transparent, stable for several months at any storage temp., and non-irritating.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 31.03.92.

30 Priorité :

43 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 01.10.93 Bulletin 93/39.

56 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

60 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

71 Demandeur(s) : RHONE-POULENC CHIMIE — FR.

72 Inventeur(s) : Willemin Claudie.

73 Titulaire(s) :

74 Mandataire : Fabre Madeleine-France Rhône-Poulenc  
Chimie.

54 Gel solide transparent désodorisant et désodorisant corporel à base dudit gel.

57 Gel solide transparent désodorisant sans alcool, sta-  
ble, à base d'un stéarate d'un métal, d'un solvant hydro-  
phile polaire non-aqueux du stéarate, d'une huile ou d'une  
gomme diméthicone phénylée, d'un bactéricide et d'un sol-  
vant dudit bactéricide miscible au solvant polaire et à l'huile  
ou la gomme.

Désodorisant corporel à base dudit gel.

FR 2 689 010 - A1



## GEL SOLIDE TRANSPARENT DESODORISANT ET DESODORISANT CORPOREL A BASE DUDIT GEL

La présente invention a pour objet un gel solide parfaitement transparent, désodorisant, stable, exempt de monoalcool léger, ainsi que les désodorisants corporels à base dudit gel, présentés notamment sous forme de bâtonnets.

Il a été proposé des désodorisants solides exempts de monoalcool léger, à base de stéarate de sodium, d'un solvant hydrophile polaire non-aqueux dudit stéarate, d'une huile silicone cyclométhicone, d'un bactéricide et d'un solvant dudit bactéricide miscible au solvant hydrophile polaire non-aqueux et à l'huile silicone (Parfums, cosmétiques, arômes n° 102-Décembre 1991-Janvier 1992, p. 62). De tels désodorisants sont plus translucides que les produits existants sur le marché.

La demanderesse a maintenant trouvé un gel solide désodorisant parfaitement transparent ; il est de ce fait plus esthétique ; il reste stable sans présenter de phénomène d'exsudation pendant plusieurs mois, quelles que soient les conditions de température au stockage.

Selon l'invention il s'agit d'un gel solide transparent désodorisant, exempt de monoalcool léger, à base

- 20 . d'un stéarate d'un métal (constituant A) ;
  - . d'un solvant hydrophile polaire non-aqueux dudit stéarate (solvant polaire ou constituant B) ;
  - . d'un polyorganosiloxane (silicone ou constituant C) ;
  - . d'un bactéricide ;
  - 25 . et d'un solvant dudit bactéricide miscible au solvant polaire B et au silicone C (solvant ou constituant D);
- ledit gel étant caractérisé en ce que :
- le silicone C est une huile ou une gomme diméthicone phénylée contenant de 0,1 à 25 % molaire de groupes phényle directement liés au silicium, bloquée à chaque extrémité par un motif triméthylsiloxyle ou diméthylsiloxanol et
  - 30 présentant une viscosité à 25°C de l'ordre de 3 à  $10^7$  mPa.s. ;
  - les constituants B, C et D sont présents dans les proportions suivantes
  - . de l'ordre de 10 à 20 parties en poids de silicone C ;
  - 35 . de l'ordre de 15 à 20 parties en poids de solvant polaire B ;
  - . de l'ordre de 65 à 75 parties en poids de solvant D ;

pour 100 parties en poids de l'ensemble des constituants B, C et D, avec un rapport pondéral solvant D / silicone C supérieur à 4,5, de préférence de l'ordre de 4,6 à 7,5 ;

- 5 - le constituant A est présent selon une quantité de l'ordre 4 à 10 parties en poids, de préférence de l'ordre de 5 à 8 parties en poids pour 100 parties en poids de l'ensemble des constituants B, C et D.

Les constituants A pouvant être présents dans le gel de l'invention sont les stéarates de métaux alcalins ou alcalino-terreux et tout particulièrement le stéarate de sodium.

- 10 Les solvants polaires B pouvant entrer dans la composition dudit gel, sont ceux qui, situés dans l'espace de solubilité de Hansen (C. M. Hansen : "The three dimensional solubility parameters" J. paint Technol. 39,105 (1967)), présentent les paramètres suivants

. $\delta P$  d'interactions Keesom de l'ordre de 8 à 15 (J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>

- 15 . $\delta H$  de liaison hydrogène de l'ordre de 20 à 30 (J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>

. $\delta D$  d'interactions London d'au moins 16 (J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>

Parmi ceux-ci on peut citer

. le propanediol

. le glycérol

- 20 . le diéthylèneglycol

. ...

ainsi que des mélanges de solvants, à condition que les paramètres de solubilité résultants desdits mélanges répondent aux valeurs ci-dessus mentionnées.

Parmi les huiles silicones C on peut citer notamment

- 25 . les phényldiméthicones de viscosité à 25°C de l'ordre de 3 à 1000 mPa.s.

. les diphényldiméthicones de viscosité à 25°C de l'ordre de 50 à 100.000 mPa.s.

Parmi les gommés silicones C on peut citer notamment les diphényldiméthicones de viscosité à 25°C de l'ordre de 3.10<sup>6</sup> à 10<sup>7</sup> mPa.s.

- 30 Le solvant D est moins hydrophile que le solvant B ; ses paramètres dans l'espace de solubilité de Hansen sont les suivants

. $\delta P$  d'interactions Keesom de l'ordre de 6,5 à 10 (J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>

. $\delta P$  de liaison hydrogène de l'ordre de 7 à 10 (J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>

. $\delta D$  d'interactions London d'au moins 16 (J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>

Parmi ceux-ci on peut citer

- 35 . les triglycérides oleiques polyoxyéthyléniques

. les triglycérides des acides caprique et caprylique

. les cires de polyéthylèneglycol

. les polypropylèneglycol ethers d' alcools en C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub> , tout particulièrement le myristyléther de polypropylèneglycol  
. les esters myristyliques polypropoxylés de l'acide propionique  
. ...

- 5 ainsi que des mélanges de solvants, à condition que les paramètres de solubilité résultants desdits mélanges répondent aux valeurs ci-dessus mentionnées.

Parmi les bactéricides pouvant entrer dans la composition dudit gel, on choisit ceux de type corporel tels que notamment le trichlorohydroxydiphényléther (IRGASAN® DP 300 de CIBA-GEIGY).

- 10 Le gel faisant l'objet, de l'invention peut contenir à côté des principaux constituants ci-dessus mentionnés, des parfums et des colorants habituellement utilisés dans le domaine cosmétique.

Le gel faisant l'objet de l'invention peut être préparé en effectuant les étapes suivantes

- 15 - fusion du stéarate A à une température de l'ordre de 70 à 90 °C (de l'ordre de 80 à 85 °C pour le stéarate de sodium) en présence du solvant B et du bactéricide ;  
- addition du solvant D et du silicone C et mélange à une température de l'ordre de 70 à 90 °C , généralement de l'ordre de 80 à 85 °C ;  
20 - refroidissement du milieu jusqu'à une température de l'ordre de 55 à 60 °C ;  
- puis introduction eventuelle du parfum avant gélification.

Le colorant eventuel peut être introduit avec le bactéricide, le solvant D ou le silicone C.

- 25 La présente invention a également pour objet des désodorisants corporels à base dudit gel.

Ils peuvent être obtenus par mise en forme dudit gel refroidi vers 55-60 °C, par exemple en coulant directement celui-ci dans un emballage de forme désirée; ceux-ci se présentent le plus souvent sous forme de bâtonnets.

- 30 Les gels désodorisants de l'invention présentent l'avantage de contenir un taux élevé de silicone ; cet émollient confère aux articles désodorisants préparés éclat et brillance et à la peau traitée un toucher non gras et doux. Leur transparence n'est nullement altérée au cours du vieillissement ; ils sont parfaitement stables. Contrairement aux désodorisants à base de monoalcool léger, ils sont non-irritants et ne présentent aucun retrait au cours du stockage.

- 35 Les exemples suivants sont donnés à titre indicatif et ne peuvent être considérés comme une limite du domaine et de l'esprit de l'invention.

### Exemples

On introduit du propanediol-1,2 dans un ballon de 1l. , muni de 3 tubulures , d'un agitateur à pâle tournant à 400 tours/mn. et surmonté d'un réfrigérant à reflux. On ajoute successivement du polypropylène glycol myristyl éther puis le  
5 silicone C choisi parmi

- le SILBIONE® 70633 V 30 (commercialisé par RHONE-POULENC)

- le SILBIONE® 70641 V 200 (commercialisé par RHONE-POULENC)

Les quantités respectives de ces différents constituants, exprimées en g. , figurent au Tableau 1

10 Le ballon est placé dans un bain marie régulé entre 80 et 85 °C, puis on verse 6,5 g. de stéarate de sodium et 0,32 g. de bactéricide IRGASAN® DP 300 de CIBA-GEIGY.

Le contenu du ballon est maintenu sous agitation au bain marie jusqu'à dissolution complète du stéarate de sodium ; le temps minimum nécessaire à  
15 cette opération est d'au moins 30 mn.

Après dissolution, le ballon est placé dans un bain marie régulé à  $60 \pm 2^\circ\text{C}$  ; le temps minimum à la mise en température est de 15 mn.

On ajoute ensuite 0,1 ml. de solution aqueuse à 1% de colorant vert W 7000 de la Société des Colorants Wackherr et 1 ml. de parfum W 280688 de  
20 GIVAUDAN-ROURE.

Après homogénéisation, le mélange est coulé dans des emballages de forme adaptée à l'emploi du gel solide obtenu après refroidissement à température ambiante comme désodorisant corporel.

Des mesures de stabilité du gel solide réalisées à  $+45^\circ\text{C}$  pendant 3 mois, à  $+5^\circ\text{C}$   
25 pendant 3 mois, ainsi qu'en cinq cycles à une température de  $-5$  à  $+45^\circ\text{C}$ , montrent que les produits sont parfaitement stables.

La transparence du gel solide est évaluée selon une méthode inspirée de la norme ASTM D 1133 78 (Standart test method for KAURI-BUTANOL value of hydrocarbon solvents).

30 La méthode consiste à observer la netteté et la définition d'une mire constituée d'une série de points de caractère 10, mire protégée par une lame de microscope, à travers une rondelle dudit gel solide de 1 cm. d'épaisseur ; le gel est dit transparent lorsque la définition des points vus à travers la rondelle n'est pas altérée ; celui-ci n'est plus transparent dès que les points, bien qu'étant  
35 visibles, perdent leur définition.

La dureté Stevens du gel , exprimée en g. , est mesurée à l'aide d'un analyseur de texture (méthode couramment utilisée dans l'industrie alimentaire pour évaluer la force des gels).

Le principe consiste à déterminer la résistance du gel à la pénétration d'une aiguille de référence TA 9 pénétrant à une vitesse de 0,5 mm/s. sur une épaisseur de 20 cm. à 20°C

Les caractéristiques du gel solide préparé figurent au tableau 1.

TABLEAU 1

Exemple	1	2	3	4
SILBIONE® 70633 V 30	10	15	-	-
SILBIONE® 70641 V200	-	-	10	15
PPG-3 myristyl éther	75	70	73	68
propanediol-1,2	15	15	17	17
<b>Caractéristiques</b>				
Dureté Stevens en g.	44	43	90	81
Fusion en °C début	49	55	62	55
totale	56	66	66	62
Transparence	parfaite	parfaite	parfaite	parfaite



**Revendications**

- 1). Gel solide désodorisant exempt de monoalcool léger, à base
- . d'un stéarate d'un métal (constituant A) ;
  - . d'un solvant hydrophile polaire non-aqueux dudit stéarate (solvant polaire ou constituant B) ;
  - . d'un polyorganosiloxane (silicone ou constituant C) ;
  - . d'un bactéricide ;
  - . et d'un solvant dudit bactéricide miscible au solvant polaire B et au silicone C (solvant ou constituant D) ;
- caractérisé en ce que :
- le silicone C est une huile ou une gomme diméthicone phénylée contenant de 0,1 à 25% molaire de groupes phényle directement liés au silicium, bloquée à chaque extrémité par un motif triméthylsiloxyle ou diméthylsiloxanol et présentant une viscosité de l'ordre de  $3 \text{ à } 10^7 \text{ mPa.s.}$  ;
  - les constituants B, C et D sont présents dans les proportions suivantes
- . de l'ordre de 10 à 20 parties en poids de silicone C ;
  - . de l'ordre de 15 à 20 parties en poids de solvant polaire B ;
  - . de l'ordre de 65 à 75 parties de solvant D ;
- pour 100 parties en poids de l'ensemble des constituants B, C ou D, avec un rapport pondéral solvant D / silicone C supérieur à 4,5 , de préférence de l'ordre de 4,6 à 7,5 ;
- le constituant A est présent selon une quantité de l'ordre de 5 à 8 parties en poids pour 100 parties en poids de l'ensemble des constituants B, C et D.
- 2). Gel selon la revendication 1) caractérisé en ce que le silicone C est une huile phényldiméthicone de viscosité à 25°C de l'ordre de 3 à 1000 mPa.s. , une huile diphényldiméthicone de viscosité à 25°C de l'ordre de 50 à 100.000 mPa.s. ou une gomme diphényldiméthicone de viscosité à 25°C de l'ordre de  $3.10^6 \text{ à } 10^7 \text{ mPa.s.}$
- 3). Gel selon la revendication 1) ou 2) caractérisé en ce que le constituant A est du stéarate de sodium.
- 4). Gel selon l'une quelconque des revendications 1) à 3) caractérisé en ce que le constituant B est un propanediol.

5). Gel selon l'une quelconque des revendications 1) à 4) caractérisé en ce que le constituant D est le myristyléther de polypropylène glycol.

- 5        6).Gel selon l'une quelconque des revendications 1) à 5) caractérisé en ce qu'il contient en outre un parfum et un colorant.

7).Désodorisant solide transparent à base du gel faisant l'objet de l'une quelconque des revendications 1) à 6).

10

8).Procédé de préparation du gel faisant l'objet de l'une quelconque des revendications 1) à 6) ou du désodorisant faisant l'objet de la revendication 7) caractérisé par les étapes suivantes

- fusion du stéarate A à une température de l'ordre de 70 à 90 °C ;
  - 15    - addition des constituants D et C et mélange à une température de l'ordre de 70 à 90 °C
- le colorant éventuel étant introduit avec le bactéricide, le constituant D ou le constituant C ;
- refroidissement du milieu jusqu'à une température de l'ordre de 55 à 60 °C ;
  - 20    - introduction éventuelle du parfum avant gélification ;
  - et mise en forme dudit gel.

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE**RAPPORT DE RECHERCHE**  
établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la rechercheFR 9203895  
FA 470194

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X,D	PARFUMS, COSMETIQUES, AROMES no. 102, Janvier 1992, PARIS FR pages 57 - 63 WILLEMIN C. 'Silicones: Paramètres de solubilité.' * page 62, colonne 1 *	1-8
A	US-A-4 822 602 (SABATELLI A.D.) * colonne 11; exemples II-VI *	1-8
A	EP-A-0 107 330 (THE PROCTER & GAMBLE COMPANY) * page 8; exemple VI *	1-8
A	US-A-4 268 498 (GEDEON H. ET AL.) * colonne 1, ligne 20 - ligne 25 * * colonne 2; exemple 2 *  -----	1-8
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		A61K
Date d'achèvement de la recherche 25 NOVEMBRE 1992		Examinateur AVEDIKIAN P.F.
<b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b> X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire  T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons  & : membre de la même famille, document correspondant		